

V.7 Penetapan kadar oksalat pada bayam

Pipet larutan sampel yang telah disiapkan sebanyak 1 ml dan masukan ke dalam labu ukur 25 ml tambahkan 2 mL larutan buffer asetat (pH5), 1 ml Fe (II) ammonium sulfat, 1 ml KI 0,12 mol/L, 1 ml (KBrO₃) 0,1 M dan terakhir encerkan dengan aquadest sampai batas. Absorban diukur pada panjang gelombang maksimum.

BAB VI HASIL DAN PEMBAHASAN

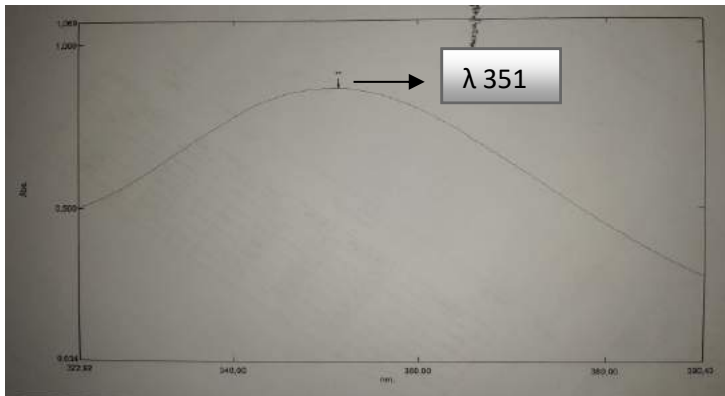
Pada umumnya semua orang pasti mengetahui bahwa sayuran merupakan sumber makanan yang mengandung banyak nutrisi dan beragam manfaat. Sayur memang banyak mengandung vitamin, mineral, kalsium, kalori, lemak dan karbohidrat. Menurut Pertiwi

dan Ginting (2007) sayur bayam sering digunakan dalam olahan sayur bening oleh para ibu rumah tangga karena bayam dapat meningkatkan minat anak-anak dalam mengonsumsi sayur. Tetapi, jika terlalu banyak dikonsumsi dapat menyebabkan gangguan kesehatan. Salah satu senyawa alergenik yang dominan adalah asam oksalat yang dapat mengganggu fungsi ginjal (Lingga, 2002). Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah daun bayam hijau dan bayam merah yang dibeli dipasar hal ini karena pada umumnya masyarakat memperoleh sayur bayam kebanyakan dari pasar.

A. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Sebelum dilakukan penetapan kadar sampel dengan menggunakan metode spektrofotometri Uv terlebih dahulu dilakukan penentuan panjang gelombang optimum. Penentuan panjang gelombang ini dilakukan pada konsentrasi yang memberikan serapan optimum. Untuk mendapatkan serapan optimum dilakukan pengukuran dengan rentang panjang gelombang yaitu antara 200-400 nm.

Dari hasil pengukuran maka didapatkan serapan optimum pada panjang gelombang 351 nm. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada kurva panjang gelombang yaitu :



Gambar VI.1 Panjang Gelombang

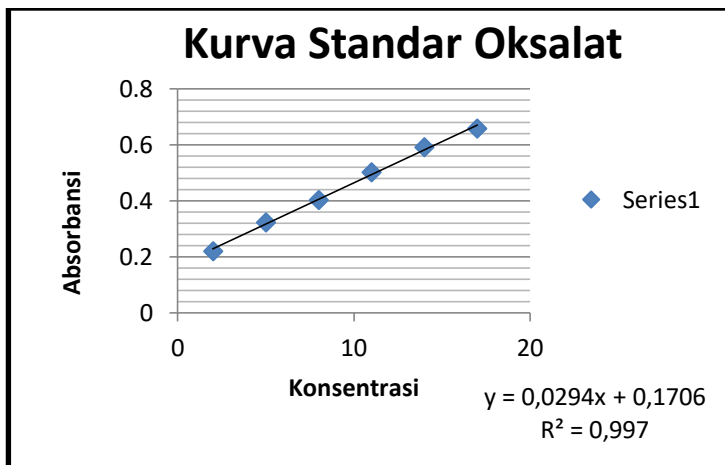
B. Validasi Metode

Pada penelitian ini didapatkan data absorbansi pada setiap konsentrasi dari larutan standar sebagai berikut:

Tabel 1. Absorbansi Kurva Baku Oksalat

Konsentrasi (bpj)	Absorban
2	0,221
5	0,323
8	0,404
11	0,503
14	0,591
17	0,658

Dari data tersebut dapat dibuat kurva kalibrasi standar oksalat pada penelitian ini.



Gambar VI.2 Kurva kalibrasi larutan standar oksalat

Pada uji linieritas penentuan regresi dari standar kurva kalibrasi, diperoleh koefisien korelasi dan diketahui kondisi alat spektrofotometer yang digunakan sudah mewakili jumlah sampel. Hasil dari kurva kalibrasi standar diperoleh nilai korelasi R sebesar 0,997 yang menunjukkan ada hubungan linier yang erat antara konsentrasi yang diukur dengan absorbansi yang dihasilkan. Setelah melalui perhitungan regresi linier kurva standar, $Y = a + bx$, maka didapatkan $y = 0,1706 + 0,0294x$ sehingga dapat menghitung konsentrasi pada sampel sesuai dengan perubahan waktunya. Hal ini menunjukkan bahwa kurva baku linier karena nilai $R > 0,99$ yaitu sesuai dengan persyaratan metode analisis yang baik (Miller and Miller 2010). Nilai R yang mendekati 1 menunjukkan adanya korelasi yang menyatakan adanya hubungan antara konsentrasi (x) dan respon (y) yang diartikan sebagai linieritas. Dari

kurva baku diatas dieperoleh persamaan kurva baku $y=bx+a$, dimana b adalah nilai kemiringan (*slope*), a (*intercept*) dan koefisien korelasi (r).

Tabel II. Parameter Linieritas Kurva Kalibrasi Oksalat

Parameter	Nilai	Syarat
Persamaan regresi linier	$y = 0,0294x + 0,1706$	
Slope (b)	0,0294	
Intercept	0,1706	
Sy/x	0,00512	
Koefisien Korelasi (r)	0,997	$\geq 9,8$
LOD (<i>Limit of Detection</i>)	0,523	
LOQ (<i>Limit of Quantitaton</i>)	1,742	
Vxo%	0,0203	$\leq 2 \%$

Pada penelitian ini telah diperoleh hasil pada larutan standar dimana nilai absorbansi meningkat seiring dengan peningkatan nilai konsentrasi (ppm), dapat dilihat dimana pada konsentrasi 2 bpj diperoleh nilai absorbansi sebesar 0,2296, konsentrasi 5 bpj diperoleh nilai absorbansi sebesar 0,3181, konsentrasi 8 bpj diperoleh nilai absorbansi 0,4066, konsentrasi 11 bpj diperoleh nilai

absorbansi 0,4950, konsentrasi 14 bpj diperoleh absorbansi 0,5835 dan pada konsentrasi 17 bpj diperoleh absorbansi 0,6720.

Uji akurasi dilakukan dengan minimal tiga level konsentrasi dan tiga kali replikasi dan dapat dilihat dari nilai persen akurasi yang baik, yaitu 80-110 %. Sedangkan untuk uji presisi dilakukan dengan satu konsentrasi dengan enam kali replikasi dan dilakukan uji intraday maupun ekstrapaday, untuk presisi dilihat dari nilai RSD yang baik yaitu $< 2\%$ (Harmita, 2004).

Tabel III. Data Hasil Uji Akurasi

Konsentrasi (bpj)	Kadar Terukur (mg/L)	SD	%Recovery	Rata-rata %
2 bpj	1,6553	0,2213	82,766 %	94,10 %
	1,8934		94,671 %	
	2,0975		104, 87 %	
8 bpj	8,1519	0,1375	101,8991 %	103,45 %
	8,2540		103,1746 %	
	8,4240		105.3005 %	
14 bpj	14,6485	0,1873	104, 6323%	105,92 %
	14,8186		105,8471 %	
	15,0227		107,3048 %	

Uji presisi dapat dilakukan dengan dua metode yaitu *intraday* dan *interday*. Uji presisi dengan metode interday yaitu pengulangan yang

dilakukan pada hari berbeda selama tiga hari. Uji ini dilakukan dengan mengukur larutan baku oksalat yang sudah ditambahkan dengan sejumlah sampel bayam pada panjang gelombang 351 nm. Pengukuran ini dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan untuk 1 konsentrasi yang sama dan dilakukan dalam 3 hari yang berbeda. Hasil presisi dapat dilihat pada table berikut.

Tabel IV. Hasil Uji Presisi *Interday*

No	Kadar Sebenarnya	Hari Ke-1	Hari Ke-2	Hari Ke-3
1	8 ppm	8,1179	8,0499	8,1179
2		8,1519	8,0839	8,1519
3		8,1179	8,1519	8,1859
4		8,1179	8,0839	8,2540
5		8,0839	8,1859	8,2540
6		8,1179	8,2540	8,3220
Rata-rata		8,1179	8,1349	8,2143
SD		0,0215	0,0768	0,0758
% RSD		0,1433	0,5110	0,5017

Berdasarkan tabel diatas dapat dilihat bahwa dari pengukuran presisi interday hari pertama di dapatkan hasil RSD% adalah sebesar 0,1433 %, hari kedua sebesar 0,5110 %, hari ketiga sebesar 0,5017 %. Hasil dari pengujian ini memiliki akurasi dan presisi yang baik, hal ini ditunjukkan berdasarkan data akurasi dan presisi berada dalam rentang 80-110 % dan RSD kurang dari 2 %. Sedangkan, untuk pengujian metode intraday merupakan pengulangan yang dilakukan dalam satu

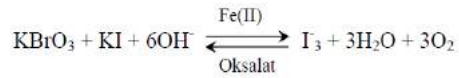
hari. Pengujian yang dilakukan dengan mengambil 6 replika larutan campuran sampel dan diukur dengan spektrofotometri UV. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada table berikut.

Tabel V. Hasil Uji Presisi *Intraday*

Kadar Terkur (bpj)				$\bar{X}$	SD	%RSD
No	1	2	3			
1	8,1179	8,0499	8,1179	8.1557	0,0580	0,3853
2	8,1519	8,0839	8,1519			
3	8,1179	8,1519	8,1859			
4	8,1179	8,0839	8,2540			
5	8,0839	8,1859	8,2540			
6	8,1179	8,2540	8,3220			

Dari tabel diatas dapat diketahui bahwa hasil uji presisi secara *intraday* memberikan nilai RSD (%) kurang dari 2 % yaitu 0,3853 % hal ini menunjukan bahwa metode uji yang digunakan pada penentuan kadar oksalat ini menggunakan spektrofotometri UV memiliki ketelitian yang baik.

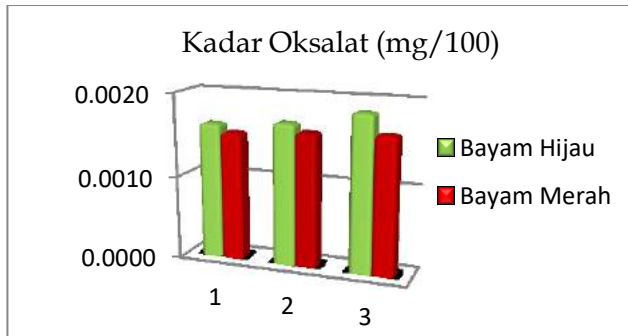
Reaksi yang terjadi setelah penambahan pereaksi adalah larutan besi (II) bertindak sebagai katalis dan oksalat sebagai activator (pengaktivasi reaksi) dan I_3 merupakan hasil reaksi yang sebanding jumlahnya dengan konsentrasi oksalat.



Tahapan akhir dari penelitian ini setelah dilakukan validasi metode yang dikembangkan dikatakan valid, maka selanjutnya dilakukan penetapan kadar oksalat dalam bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) dan bayam merah (*Amaranthus tricolor L.*). Kadar oksalat dalam sampel bayam hijau dan bayam merah dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel VI. Hasil penetapan kadar oksalat pada bayam

Sampel	Kadar Terukur	SD	$\bar{X}$
Bayam Hijau	6,5102 6,7483 7,4286	0,4766	1,7227
$\bar{X}$ 6,8957			
Bayam Merah	6,1361 6,3741 6,5102	0,1894	1,5849
$\bar{X}$ 6,3401			



Gambar VI.3 Kadar Oksalat (mg/100g)

Berdasarkan data diatas, dapat diketahui bahwa kandungan oksalat dalam sayuran bayam hijau (*Amaranthus hybridus*) dengan kadar 1,7227 mg/100g dan bayam merah (*Amaranthus tricolor L.*) 1,5849 mg/100g.